

• 实用成型技术 Practical Shaping Technology •

DOI:10.16410/j.issn1000-8365.2019.07.025

160°大角度等通道转角挤压 AZ61 组织演化与力学性能

杨 杰^{1,2,3}, 樊建锋^{1,2,3}, 单召辉^{1,2,3}, 杨牧轩^{1,2,3}

(1. 新材料界面科学与工程教育部重点实验室 太原理工大学, 山西 太原 030024; 2. 先进镁基材料山西省重点实验室 太原理工大学, 山西 太原 030024; 3. 材料科学与工程学院 太原理工大学, 山西 太原 030024)

摘 要: 在 100 ℃ 及 150 ℃ 对商用 AZ61 挤压板材采用 160°大角度等通道转角挤压, 分析了等通道转角挤压 (ECAP) 变形组织演化规律。基于储能理论分析了 100 ℃ 和 150 ℃ 时 ECAP 对 AZ61 合金力学性能的影响。结果表明, 在 100 ℃ 时, ECAP 三道次累积变形量为 0.6, 以孪晶动态再结晶 (TDRX) 为主; 在 150 ℃ 累积变形量为 0.6 时, 以连续动态再结晶 (CDRX) 为主。150 ℃ 的 ECAP 挤压 8 道次, 再经 100 ℃ 的 ECAP 挤压三道次, 获得了 1 μm 的细晶组织, 提高了 AZ61 合金的综合力学性能, 其屈服强度达到 350 MPa, 抗拉强度达到了 432 MPa。

关键词: 160°大角度等通道转角挤压; 低温累积变形; AZ61 合金; 细晶; 力学性能

中图分类号: TG376; TG113

文献标识码: A

文章编号: 1000-8365(2019)07-0729-05

Microstructure Evolution and Mechanical Properties of AZ61 under 160° Equal Channel High Angular Pressing

YANG Jie^{1,2,3}, FAN Jianfeng^{1,2,3}, SHAN Zhaozhui^{1,2,3}, YANG Muxuan^{1,2,3}

(1. Key Laboratory of Interface Science and Engineering in Advanced Materials Ministry of Education, Taiyuan University of Technology, Taiyuan 030024, China; 2. Shanxi Key Laboratory of Advanced Magnesium Based Materials, Taiyuan University of Technology, Taiyuan 030024, China; 3. School of Materials Science and Engineering, Taiyuan University of Technology, Taiyuan 030024, China)

Abstract: The evolution of deformation microstructure was analyzed by equal channel 160° angle extrusion (ECAP) at 100 ℃ and 150 ℃ for commercial AZ61 extrusion plate. Based on the energy storage theory analyzed the at 100 ℃ and 150 ℃ when the ECAP effects on mechanical properties of AZ61 alloy. The results show that at 100 ℃, ECAP three times accumulated deformation is 0.6, twin dynamic recrystallization (TDRX) is given priority; At 150 ℃ accumulated deformation of 0.6, the continuous dynamic recrystallization (CDRX) is the main priority. 150 ℃ of ECAP extrusion 8 times, then through 100 ℃ of ECAP extrusion three times, the 1 μm fine grain structure is obtained, improve the comprehensive mechanics performance of the AZ61 alloy, the yield strength and tensile strength are 350 MPa and 432 MPa, respectively.

Key words: 160° equal channel high angular pressing; AZ61; fine grain; low temperature cumulative deformation; mechanical properties

作为当前最轻的结构材料, 纯镁密度仅为

1.738 g/cm³, 且具有比强度高, 浇注性好的优良特性, 在未来工程材料中具有广阔的应用前景^[1,2]。然而镁固有的低温下强度低, 塑性差以及糟糕的高温抗蠕变性限制了镁的推广与应用^[3]。合金强化目前常见的方法主要有应变强化、固溶强化、第二相强化和细晶强化^[4]几种, 相较于其他强化手段会牺牲部分塑性, 细晶强化则可以显著提升合金的综合力学性能, 镁属于密排六方晶体其屈服常数 $K^{[5]}$ 值高达 320 MPa·m^{0.5}, 这意味着细晶强化效应在镁合金当中尤为显著。

研究表明, 对镁合金进行大塑性变形处理 (SPD) 可以改善材料的微观结构, 从而获得超细晶粒, 这对

收稿日期: 2019-03-22

基金项目: 国家自然科学基金 (U1810122、51504162、U1710118、51601123), 山西省高等学校创新人才支持计划 (2018), 山西省自然科学基金 (201801D221139), 山西省科技基础条件平台建设项目 (201605D121030), 山西省人才专项 (优秀人才科技创新) (201605D211015) 资助项目

作者简介: 杨 杰 (1993-), 山西吕梁人, 硕士生。研究方向: 先进镁合金材料及其加工。电话: 15234838165, E-mail: 2801391125@qq.com

通讯作者: 樊建锋 (1977-), 山西吕梁人, 博士, 教授。研究方向: 先进镁合金材料及其加工。电话: 03516014852, E-mail: fanjianfeng77@hotmail.com

提高镁合金综合力学性能具有重要意义^[6]。目前大塑性变形比较成熟的方法主要有等通道转角挤压^[7] (ECAP)、累积轧制-复合技术 (ARB)、高压扭转 (HPT)等。这三种方法较为成熟,国内外学者应用这三种大塑性变形方法均获得了细晶组织。N.S. Martynenko 等^[8]使用等通道转角挤压将 WE43 合金晶粒细化至 0.7~1.0 μm 并实现了超塑性。而 E. A. Lukyanova 等^[9]通过对 WE43 镁合金做高压扭转结果获得了 30~100 nm 的超细晶组织,并极大改善了 WE43 镁合金综合力学性能。Legan 等^[10]采用累积轧制获得了具有超细晶结构的 Mg-5Li-1Al 板材。

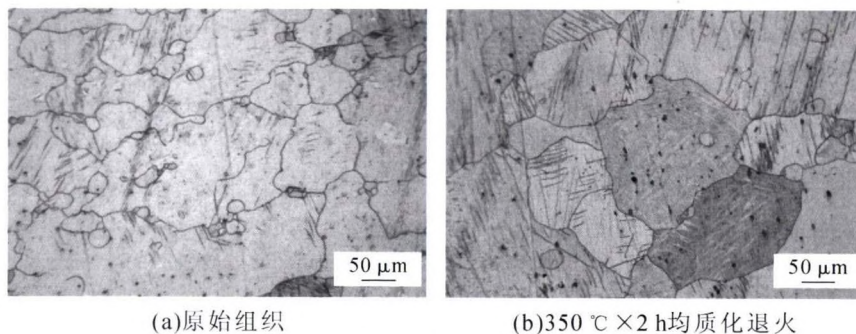
鉴于大塑性变形获取细晶组织增强综合力学性能的优势,同时等通道转角挤压可以实现在不改变试样形状下多次挤压,本文选取了等通道转角挤压的大塑性变形方法。目前大多数学者^[11]采用 90° 等通道转角挤压模具对材料做多道次挤压变形处理,由于单道次变形量较大^[12],挤压温度通常在 200 $^{\circ}\text{C}$ 以上,否则极易导致开裂。另一方面有研究表

明^[13]AZ31 镁合金平均位向差和大角度晶界所占体积分数随着变形温度的降低而增大,微观组织会随着变形温度的降低不断细化,因此本文设计了 160° 的大角度等通道转角挤压模具,其单道次应变量较小,可以实现低温下多道次累积挤压变形,以此来探究低温下大角度等通道转角挤压对 AZ61 微观组织和力学性能的影响。

1 实验

1.1 实验材料

采用商用 AZ61 挤压态镁合金作为实验基体材料。其原始组织和 350 $^{\circ}\text{C}$ 退火 2 h 均质化退火处理的金相显微组织如图 1 所示。从图中可以看到,原始组织较为粗大,晶粒平均尺寸约为 89 μm ,经过均质化处理后原始组织中存有的小晶粒消失,原始大晶粒进一步长大到 115 μm 。光学显微组织分析需要对处理后的 AZ61 做金相腐蚀,所使用的金相腐蚀剂是由 2 mL 乙醇、2 mL 冰乙酸、14 mL 去离子水和 0.85 g 苦味酸混合超声振荡 10 min 制成。



(a)原始组织

(b)350 $^{\circ}\text{C}$ × 2 h 均质化退火

图 1 AZ61 组织

Fig.1 Microstructure of AZ61 alloy

1.2 实验流程及实验设备

实验流程为:线切割、退火处理、室温多道次轧制、线切割、力学性能测试、获取光学金相组织、获取扫描电镜组织图片、数据处理。

本实验所需的仪器设备包括 160° 大角度等通道转角挤压模具 (如图 2 所示)、2-7.5-10 型电阻炉、DK-7720 型数控电火花机床、基恩士 VHx-2000 型超景深光学显微镜、AGS-X-20KND 万能实验机及扫描显微镜。

2 实验结果与讨论

2.1 大角度等通道转角挤压微观组织演化

采用 160° 大角度等通道转角挤压模具在不同温度下对均质化处理后的 AZ61 做塑性变形处理,其在 100 $^{\circ}\text{C}$ 及 150 $^{\circ}\text{C}$ 微观组织演化如图 3 所示。图 3(a)是 AZ61 在 100 $^{\circ}\text{C}$ 挤压 2 道次的微观组织,由图

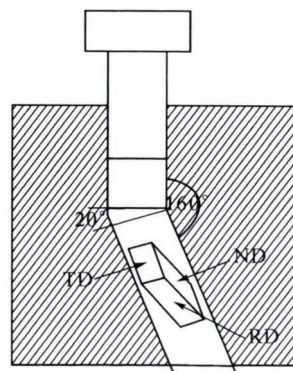


图 2 160° 等通道转角挤压模具

Fig.2 Schematic diagram of 160° ECAP die

可知 100 $^{\circ}\text{C}$ 下挤压 2 道次后 AZ61 原始粗大晶粒内部产生大量的剪切带和孪晶,而且剪切带相互平行,无明显的交叉孪晶和剪切带,由孪晶生长机制可知,在金相显微镜下镁合金中压缩孪晶与 {10-12} 拉伸孪晶的形貌有较大的差异,压缩孪晶显得细长,而拉伸

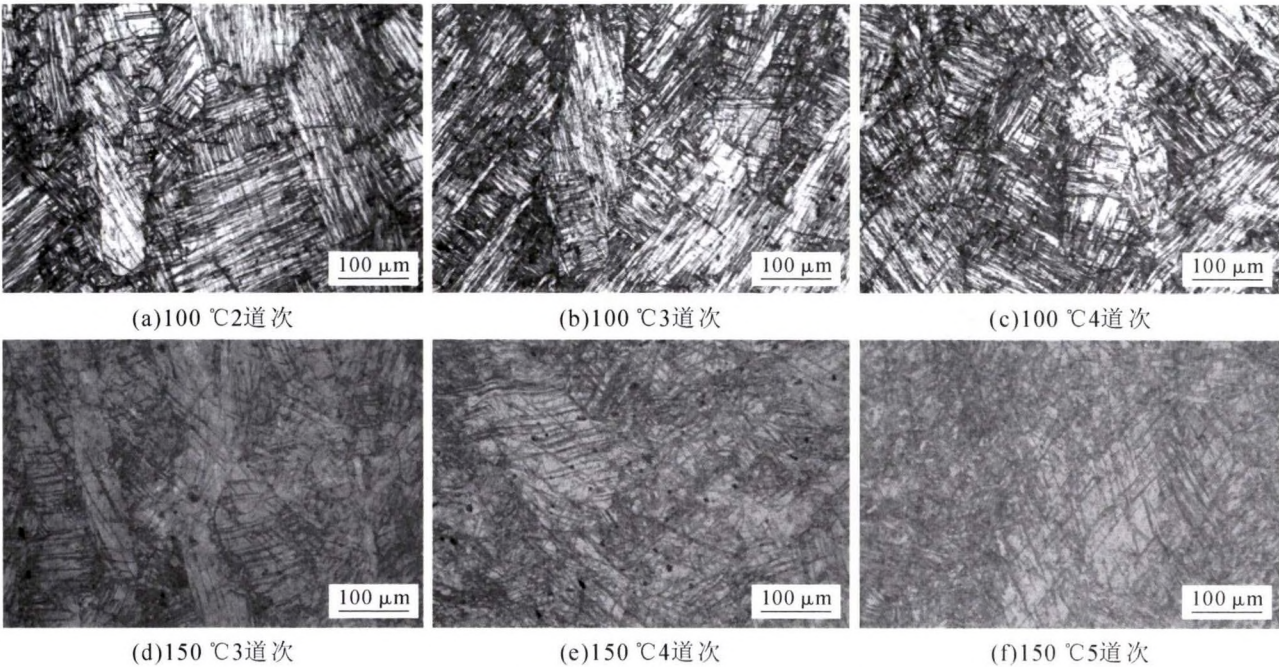


图 3 AZ61 经过等通道转角挤压变形处理后的金相组织
Fig.3 Microstructure of AZ61 alloy by ECAP

孪晶在视野下显得粗短。由此可以判断 100 °C 下挤压变形两道次孪生机制 AZ61 主要以 {10-11} 压缩孪晶为主。虽然孪生所产生的变形量较小^[14]但是 160°大角度等通道转角挤压单次变形量较小,由公式^[12]1。

$$\varepsilon_{eq}=[2\cot((\Psi+\phi)/2)+\Psi\operatorname{cosec}((\Psi+\phi)/2)]/\sqrt{3} \quad (1)$$

代入等同转角挤压模具的参数可得单次变形量为 0.2。同时图 3 显示大晶粒的原始晶界清晰可见,ECAP 前期组织细化的主要机理为机械剪切作用^[15],如图 3(b、c)所示,随着剪切应变量的持续增加,原始晶粒逐渐被剪切破碎并细化,沿着原始晶界和晶粒内部的剪切带和孪晶所占体积分数逐渐增多,原始晶界变得越来越模糊。值得注意的是挤压 3 道次后粗大晶粒孪晶内部出现了细小的晶粒,沿着孪晶形成了再结晶的链状组织,这是典型的孪生动态再结晶(TDRX)的金相组织^[2]。虽然在 100 °C 下经过 4 道次挤压发生了动态再结晶,局部晶粒细化,但是仍然保留了大量的变形组织,原始晶粒被剪切带分割但是依旧粗大。实验中当进行第 5 道次挤压时发生了断裂,这主要是由于在低温下镁合金的变形机制以基面滑移和压缩孪晶为主,其他滑移系临界剪切应力(CRSS)过大难以开动协同变形,继续增加应变导致晶界处位错塞积应力集中断裂。同时在图 3(c)边界处可以发现少量的空洞,BARRETT^[16]认为这些是低温下发生的孪晶动态再结晶导致,材料的断裂主要是由于空洞形核较快、且受限于晶界无法扩展致使应力集中成为裂纹源。当变形温度提高到

150 °C 时如图 3(d、e、f)所示,与 100 °C 金相图比较可以发现,交叉孪晶增多,这是由于随着温度的提高,其他类型的孪晶临界剪切应力降低,促进其他类型的孪晶的生成,同时同一孪晶晶面族有多个晶面等效,如镁合金 hcp^[17]结构中存在 6 个 {10-11} 面,每个面形成压缩孪晶的机会均等,这使得不同类型或者同一类型的孪晶相交。从图 3(a)可以发现沿晶界有着明显的项链状再结晶组织,这是典型的连续动态再结晶组织(CDDR)由此可以断定 150 °C 下主要再结晶机制为连续动态再结晶。同时随着应变量的不断增加再结晶体积分数不断增加,经统计当挤压道次为 5 道次时,AZ61 镁合金再结晶体积分数约为 50%,且再结晶晶粒细小约为 1 μm。

实验当中在 150 °C 挤压到 5 道次时试样表面完好无裂纹,按照图 3(d、e、f)显示的趋势,随着变形量的增加,再结晶体积分数增大,平均晶粒尺寸减小,有理由相信,随着变形量的继续增大获得完全再结晶的细晶组织。如图 4(a)为在 150 °C 挤压到 8 道次的微观组织,由图可知大部分已经实现了完全再结晶,局部有一点大晶粒分布,粒径大小为 4 μm,且内部含有少量的孪晶,但整体上组织更细更均匀,挤压 8 道次后晶粒明显细化。为避免发生回复和晶粒再结晶长大,本实验在挤压 8 道次的基础上降低温度到 100 °C 继续挤压 3 道次,其获得的试样微观组织如图 4(b)所示。与在 150 °C 下挤压获得试样相比起组织更为均匀,晶粒进一步细化,其平均晶粒尺寸达到 1 μm。

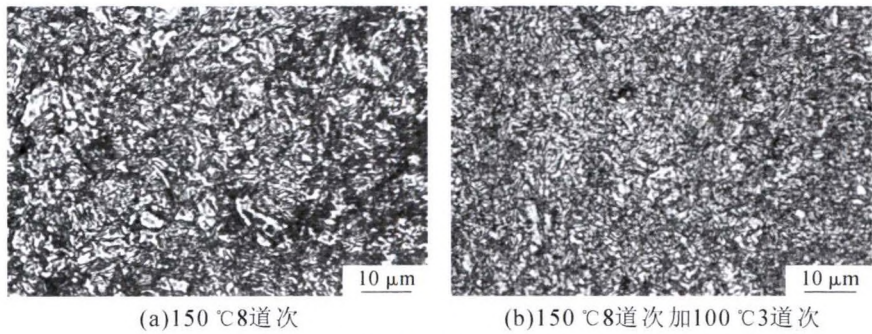


图 4 160°等通道转角挤压微观组织
Fig.4 Microstructure of AZ61 alloy by ECAP

2.2 大角度等通道转角挤压处理后试样的力学性能

图 5 展示了在 100 °C 和 150 °C 下 160°等通道转角挤压各个挤压道次所获得的样品的真实应力应变曲线。表 1 统计了不同处理状态下的 AZ61 各项力学性能。

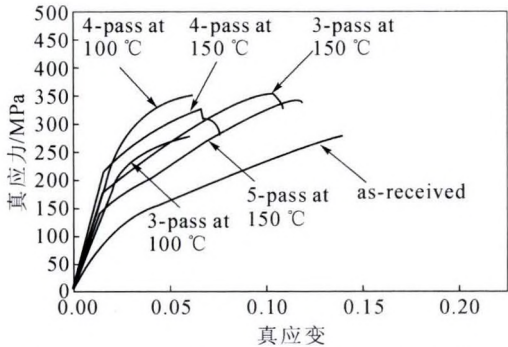


图 5 不同处理状态下 AZ61 真实应力应变曲线
Fig.5 The tensile stress-strain curve of AZ61 alloy at different state

表 1 不同处理状态下 AZ61 力学性能
Tab.1 Mechanical properties of AZ61 alloy with different state

试样	屈服强度 /MPa	抗拉强度 /MPa	伸长率(%)
原始	120	285	14.7
3-pass at 100 °C	220	280	7.0
4-pass at 100 °C	295	355	7.0
3-pass at 150 °C	200	350	11.8
4-pass at 150 °C	230	325	8.0
5-pass at 150 °C	150	345	12.3

在材料的变形过程中，外部施加的机械能部分地转换为材料的内能并以晶格畸变的形式存在^[18]。通常储存的能量可以通过中子衍射和 KAM 方法^[19]确定，也可以由储存能和流动屈服应力函数关系来确定。该函数表达式(2)如下所示^[18]

$$(\sigma - \sigma_0)^2 = (M\alpha)^2 (G/K) E_s \tag{2}$$

其中, σ 表示屈服应力, E_s 为储存能, σ_0 为摩擦应力, M 为泰勒因子, K 为常数, α 可以近似取值为 0.2。并且当挤压过程中采取润滑措施时 σ_0 可以取值为 0，因此由此式可以看出储存能与屈服应力的平方成正比。如表 1 所示，可以明显看出在 100 °C 挤

压时，相比较于 3 道次, 4 道次挤压后的样品其屈服强度增长明显达到 295 MPa，试样屈服强度与挤压道次呈现明显的正相关，不过当样品挤压到 5 道次时发生了断裂, 根据式(2)表明 100 °C 下挤压 4 道次所得的样品积累了较多的储存能，在 150 °C 挤压所得的样品其屈服强度随着挤压道次的变化有着明显的起伏, 挤压 5 道次后屈服强度下降明显, 这主要是由于在挤压过程当中发生了连续动态再结晶，储存能得以释放，这一点可以与前述的微观组织演化相互印证。

图 6 为 AZ61 在 150 °C 下挤压 8 道次和在 150 °C 挤压 8 道次加 100 °C 下挤压 3 道次所得到的真实应力应变曲线，表 2 统计了不同处理状态下的 AZ61 各项力学性能。由表 2 可知，经这两种变形方法所得的样品力学性能都获得了极大的提升，尤其是 150 °C 下挤压 8 道次加 100 °C 下挤压 3 道次所得到样品屈服强度 350 MPa, 是商用 AZ61 屈服强度的 3 倍, 抗拉强度

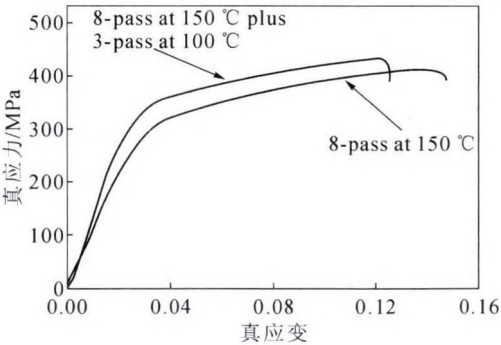


图 6 不同处理状态下 AZ61 真实应力应变曲线
Fig.6 The tensile stress-strain curve of AZ61 alloy at different state

表 2 不同处理状态下 AZ61 力学性能
Tab.2 Mechanical properties of AZ61 alloy at different state

试样	屈服强度 /MPa	抗拉强度 /MPa	伸长率(%)
原始	120	285	14.7
8-pass at 150 °C	320	410	14.5
8-pass at 150 °C plus 3-pass at 100 °C	350	432	12.5

达到了 432 MPa,显示出优良的细晶强化效应。

3 结论

(1)采用 160°大角度等通道转角挤压模具对商用挤压态 AZ61 做累积变形处理,当在 150 °C 下挤压 8 道次并降低温度在 100 °C 挤压 3 道次后,获得了细晶组织,平均晶粒尺寸为 1 μm ,屈服强度达到了 350 MPa,抗拉强度达到了 432 MPa,综合力学性能优良。

(2)在 100 °C 下采用 160°等通道转角挤压模具对 AZ61 挤压 3 道次累积变形量为 0.6,发生动态再结晶,且以孪晶动态再结晶为主,而在 150 °C 下变形时主要以连续动态再结晶为主。

参考文献:

- [1] Nie K B, Deng K K, Xu F J. Development of microstructure in sub-micron particles reinforced magnesium matrix composite processed by room temperature deformation [J]. Materials Chemistry and Physics, 2015, 149-150: 21-26.
- [2] Liu J W, Chen Z H, Chen D. Deformation mechanism and softening effect of extruded AZ31 magnesium alloy sheet at moderate temperatures [J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2012, 22(6): 1329-1335.
- [3] Guo L L, Fujita F. Effect of deformation mode, dynamic recrystallization and twinning on rolling texture evolution of AZ31 magnesium alloys [J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2018, 28(6): 1094-1102.
- [4] Huang T L, Shuai L F, Wakeel A, et al. Strengthening mechanisms and Hall-Petch stress of ultrafine grained Al-0.3%Cu [J]. Acta Materialia, 2018, 156: 369-378.
- [5] 陈振华,严红革. 镁合金[M]. 北京: 化学工业出版社, 2004.
- [6] Fan H, Aubry S, Arsenlis A, et al. Grain size effects on dislocation and twinning mediated plasticity in magnesium [J]. Scripta Materialia, 2016, 112: 50-53.
- [7] Azushima A, Kopp R, Korhonen A, et al. Severe plastic deformation (SPD) processes for metals [J]. CIRP Annals, 2008, 57(2): 716-735.
- [8] Martynenko N S, Lukyanova E A, Serebryany V N, et al. Increasing strength and ductility of magnesium alloy WE43 by equal-channel angular pressing [J]. Materials Science and Engineering: A, 2018, 712: 625-629.
- [9] Lukyanova E A, Martynenko N S, Shakhova I, et al. Strengthening of age-hardenable WE43 magnesium alloy processed by high pressure torsion [J]. Materials Letters, 2016, 170: 5-9.
- [10] Hou L, Wang T Z, Wu R Z, et al. Microstructure and mechanical properties of Mg-5Li-1Al sheets prepared by accumulative roll bonding [J]. Journal of Materials Science & Technology, 2018, 34 (2): 317-323.
- [11] Zhao G, Fan J F, Zhang H, et al. Exceptional mechanical properties of ultra-fine grain AZ31 alloy by the combined processing of E-CAP, rolling and EPT [J]. Materials Science and Engineering: A, 2018, 731: 54-60.
- [12] Iwahashi Y. Principle of Equal-Channel Angular Peessing for the Processing of Ultra-Fine Grained Materials [M]. City, 1996.
- [13] Chen Y J, Wang Q D, Lin J B, et al. Grain refinement of magnesium alloys processed by severe plastic deformation [J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2014, 24 (12): 3747-3754.
- [14] 刘俊伟,陈振华,陈鼎. AZ31 镁合金挤压板材的中温变形机理及软化机制 [J]. 中国有色金属学报 (英文版), 2012, 22(6): 1329-1335.
- [15] 何运斌,潘清林,刘晓艳. 镁合金等通道转角挤压过程中的晶粒细化机制[J]. 中国有色金属学报, 2011(8): 1785-1793.
- [16] Barnett M R. Twinning and the ductility of magnesium alloys: Part I: "Tension" twins [J]. Materials Science and Engineering: A, 2007, 464(1): 1-7.
- [17] Robin P Y F, Cruden A R. Strain and vorticity patterns in ideally ductile transpression zones [J]. Journal of Structural Geology, 1994, 16(4): 447-466.
- [18] Godfrey A, Cao W Q, Liu Q, et al. Stored energy, microstructure, and flow stress of deformed metals [J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2005, 36(9): 2371-2378.
- [19] Azzeddine H, Tirsatine K, Baudin T, et al. On the stored energy evolution after accumulative roll-bonding of invar alloy [J]. Materials Chemistry and Physics, 2017, 201: 408-415.

技术资料邮购

《铸造实用生产技术集锦》

《铸造实用生产技术集锦》本书由李德臣教授级高工编著。共七章: 1、重大铸件生产技术; 2、耐热耐磨产品生产技术; 3、耐蚀耐磨产品生产技术; 4、耐磨产品生产技术; 5、铸造工艺设计; 6、铸造用辅助产品生产技术; 7、铸造与哲学。特快专递邮购价: 97元。

邮购咨询: 李巧凤 电话/传真: 029-83222071